

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

CLIPPEDIMAGE= JP405090737A

PAT-NO: JP405090737A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05090737 A

TITLE: MANUFACTURE OF COPPER POLYIMIDE BOARD

PUBN-DATE: April 9, 1993

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

TAMIYA, YUKIHIRO

MIYAKE, AKIHIRO

SAEKI, NORIYUKI

TAKENAKA, MIKIMATA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

SUMITOMO METAL MINING CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP03274954

APPL-DATE: September 27, 1991

INT-CL_(IPC): H05K003/18; H01L021/60

US-CL-CURRENT: 427/98

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a copper polyimide board which enables a conventional process for eliminating a base metal layer to be adopted with negligible reduction in adhesion strength when left for a long time under a high-temperature environment without losing adhesion strength between copper and a polyimide resin film.

CONSTITUTION: A surface of a polyimide resin film is turned into hydrophilic, a catalyst is given, electroless plating is performed, and then electroless copper plating or electrical copper plating is performed, thus enabling a copper polyimide board to be manufactured. An aqueous solution which is at 10-50°C containing 1-15mol/l hydrazine hydrate and 0.5-5mol/l alkali metal hydride is used for hydrophilic treatment of the polyimide resin film and either one of nickel, cobalt, or their alloy is subjected to electroless plating after giving the catalyst, thus forming a plating layer with a thickness of 0.01-0.1μm and an impurity quality of 10% or less.

COPYRIGHT: (C)1993, JPO&Japio

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-90737

(43)公開日 平成5年(1993)4月9日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
H 05 K 3/18	A	6736-4E		
H 01 L 21/60	3 1 1	W 6918-4M		
H 05 K 3/18	E	6736-4E		

審査請求 未請求 請求項の数1(全6頁)

(21)出願番号	特願平3-274954	(71)出願人	000183303 住友金属鉱山株式会社 東京都港区新橋5丁目11番3号
(22)出願日	平成3年(1991)9月27日	(72)発明者	田宮幸広 愛媛県新居浜市八幡町 3-431
		(72)発明者	三宅明広 愛媛県新居浜市西の土居町2-8-225
		(72)発明者	佐伯典之 愛媛県新居浜市王子町 1-7
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 銅ポリイミド基板の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を損なうことなく、高温環境下における長時間放置による密着強度の低下が無視でき、従来の下地金属層の除去工程の採用を可能とする銅ポリイミド基板を提供する。

【構成】 ポリイミド樹脂フィルムの表面を親水化し、触媒を付与し、無電解メッキをし、その後無電解銅メッキ、あるいは電気銅メッキを行うことにより銅ポリイミド基板を製造する方法において、ポリイミド樹脂フィルムの親水化処理に、抱水ヒドラジンを1~15mol/l、アルカリ金属水酸化物を0.5~5mol/lの割合で含有する10~50°Cの水溶液を用い、触媒付与後ニッケル、コバルトまたはそれらの合金のうちのいずれか一つを無電解メッキし、厚み0.01~0.1μmで、不純物品位が10%以下のメッキ層を形成する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリイミド樹脂フィルムの表面を親水化し、触媒を付与し、無電解メッキをし、その後無電解銅メッキ、あるいは電気銅メッキを行うことにより銅ポリイミド基板を製造する方法において、
ポリイミド樹脂フィルムの親水化処理に、抱水ヒドラジンを1～15mol/l、アルカリ金属水酸化物を0.5～5mol/lの割合で含有する10～50℃の水溶液を用い、触媒付与後ニッケル、コバルトまたはそれらの合金のうちのいずれか一つを無電解メッキし、厚み0.01～0.1μmで、不純物品位が10%以下のメッキ層を形成することを特徴とする銅ポリイミド基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、フレキシブルプリント配線板（EPC）、テープ自動ボンディング（TAB）テープなどプリント配線板（PWB）の素材となる銅ポリイミド基板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、電子機器の小型化、高速化によりプリント配線板においても高配線密度化、高機能化が要求されている。このためプリント配線板用基板材料にも誘電率が小さく、絶縁抵抗が高く、耐熱性が良好なことが要求されている。この要求を満たすものとしてポリイミド樹脂が注目されEPCやTABテープなどの素材として頻繁に使用され、通常、金属層として銅を使用した銅ポリイミド基板が使用される。

【0003】 ポリイミド樹脂フィルムに銅層を形成する方法として、従来ポリイミド樹脂フィルムと銅箔を接着剤で貼合わせるラミネート法が採られていたが、接着剤の存在が電気絶縁性、耐熱性などの悪影響を及ぼすため、最近ではポリイミド樹脂フィルム表面にスパッタリング法、イオンプレーティング法、蒸着法、無電解メッキ法などにより直接銅を形成する方法が開発されている。

【0004】 しかし、ポリイミド樹脂フィルムの表面に直接銅層を形成して得た銅ポリイミド基板を高温環境下に長時間放置した場合、銅層とポリイミド樹脂フィルムとの界面の密着強度が低下するという問題が発生する。この問題に関して種々の検討を行ったところ密着強度の低下は、銅のポリイミド側への拡散に起因していることがわかった。そこで、この銅の拡散を防止する方法として無電解メッキにより異種金属を形成しバリアー層を形成する検討を行った。この異種金属としてニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金を使用する例はすでに特開昭63-286580に提案されているが、この提案の目的はハンダ付け時の熱衝撃による密着強度の低下の防止であり、必要な金属層の膜厚として0.15μm以上を要求している。

2

【0005】 ところで、銅ポリイミド基板をEPCやTABテープ用として使用する場合、サブトラクティブ法、セミアディティブ法、フルアディティブ法などによって銅リードを形成する必要がある。例えば、銅リードの形成をサブトラクティブ法で行う場合、ポリイミド樹脂フィルム表面に無電解メッキにより銅層を設け、要すれば無電解メッキ後電気銅メッキを行い、この表面にレジストを塗布し、所定のマスクを密接した後、露光し、現像し、次いでエッチングしてリード部を形成し、レジストを剥離する。

【0006】 この場合、上記特開昭63-286580の開示する方法によって得られた、下地にニッケルなどの異種金属層を持つ銅ポリイミド基板を用いると、銅と異種金属層とのエッチング速度が異なるため、従来のエッチング条件でエッチングを行うと、銅リード部分の形状を良好に維持しようとすれば下地である異種金属層がポリイミド樹脂フィルム上に残留しリード間の絶縁抵抗を低下させる原因となり、下地を完全に溶解除去すると銅リードまでがエッチングされ、配線の幅が半分程度になってしまう。

【0007】 また例えば、銅リードの形成をもともと一般的なセミアディティブ法で行う場合、ポリイミド樹脂フィルム表面に無電解メッキにより銅層を設け、これを下地とし、この下地表面にレジストを塗布し、所定のマスクを密接した後、露光し、現像し、次いで露出した金属表面上に電気銅メッキにより銅を析出させ、リード部を形成し、レジストを剥離し、そして下地をエッチングにより除去する。

【0008】 この場合、上記特開昭63-286580の開示する方法によって得られた下地にニッケルなどの異種金属層を持つ銅ポリイミド基板を用いると、銅と異種金属層とのエッチング速度が異なるため、従来のエッチング条件で下地除去を行うと、銅リード部分の形状を良好に維持しようとすれば下地である異種金属層がポリイミド樹脂フィルム上に残留しリード間の絶縁抵抗を低下させる原因となり、下地を完全に溶解除去すると銅リードがエッチングされすぎ、配線の幅が半分程度になってしまう。

【0009】 以上のことから、上記特開昭63-286580の開示する方法によって得られた下地にニッケルなどの異種金属層を持つ銅ポリイミド基板を用いて配線板を作成する場合、製造工程にニッケルなどの異種金属層のみを選択的にエッチングする工程を加えることが必要となり、リード形成工程を複雑とするという問題がある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を損なうことなく、高温環境下における長時間放置による密着強度の低下が無視でき、従来の下地金属層の除去工程の採用を可能と

させる銅ポリイミド基板を提供するところにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するためには本発明は、ポリイミド樹脂フィルムの表面を親水化し、触媒を付与し、無電解メッキをし、その後無電解銅メッキ、あるいは電気銅メッキを行うことにより銅ポリイミド基板を製造する方法において、ポリイミド樹脂フィルムの親水化処理に、抱水ヒドラジンを1～15mol/l、アルカリ金属水酸化物を0.5～5mol/lの割合で含有する10～50°Cの水溶液を用い、触媒付与後ニッケル、コバルトまたはそれらの合金のうちのいずれか一つを無電解メッキし、厚み0.01～0.1μmで、不純物品位が10%以下のメッキ層を形成するものである。

【0012】本発明の方法において、使用し得るアルカリ金属はナトリウム、カリウム、リチウムなどである。また、ニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の不純物の種類は特に限定されるものではないが、通常はリン、ほう素である。

【0013】

【作用】本発明において、銅とポリイミド樹脂フィルムとの界面にニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層を設けるのは、これらの層が銅の酸化と銅のポリイミド内部への拡散を防止するためである。

【0014】ポリイミド樹脂フィルムのエッチング液として抱水ヒドラジンとアルカリ金属水酸化物の水溶液を使用するのは、抱水ヒドラジンによるイミド結合の切断、アルカリ金属水酸化物による加水分解によりポリイミド樹脂フィルム表面を親水性にし、無電解メッキのための触媒核の吸着を容易にするためである。

【0015】抱水ヒドラジンの濃度が1mol/lより小さい場合イミド結合の切断が十分に行われず、また抱水ヒドラジン濃度が15mol/lより大きい場合には無電解メッキ層とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度が低下する為、抱水ヒドラジンの濃度は1～15mol/lが良い。また、アルカリ金属水酸化物の場合、アルカリ金属水酸化物濃度が0.5mol/lより小さい場合は加水分解が不十分となり、5mol/lより大きい場合には密着強度を低下する為、アルカリ金属水酸化物濃度は0.5～5mol/lが良い。

【0016】親水化の方法は通常のエッチング処理と同じでよく、必要とされる処理時間は条件等により変り、一概に特定できないが、通常は30秒～5分程度である。ニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の厚みを0.01～0.1μmに限定するのは、0.01μm以下では銅のポリイミド樹脂フィルム側への拡散を十分に防止できず、大気中などの酸素を含有する雰囲気中で150°C程度で長時間放置により銅ポリイミド基板の密着強度が低下するからであり、0.1μm以上ではサブトラクティブ法、セミアディティブ法により配線板

を作製する場合の下地のエッチング工程において、ニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の残留を生じ、配線間の絶縁抵抗が低下するからである。

【0017】さらに、本発明ではニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の不純物含有量は10%以下としているが、これは銅のエッチング液に対する溶解性を向上するためであり、不純物含有量が10%を越える場合、ニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の溶解性が低下し、サブトラクティブ法、セミアディティブ法により配線板を作製する場合の銅エッチング工程において、ニッケルあるいはコバルトまたはそれらの合金層の残留を生じ、配線間の絶縁抵抗が低下するという問題が発生する。

【0018】なお、本発明は銅の代りに他の金属を用いることも可能であり、諸条件は適宜選択すれば良い。

【0019】

【実施例】以下実施例を用いて本発明を説明する。

【0020】(実施例1) 30cm角の東レ・デュポン社製Kapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムを5mol/lの抱水ヒドラジンと3mol/lの水酸化ナトリウムを含有する25°Cの水溶液中に60秒間浸漬してポリイミド樹脂フィルムの表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、以下に示すニッケルの無電解メッキ処理を行った。

【0021】

(浴組成)

NiCl₂ · 6H₂O : 0.1M

NaH₂PO₂ · H₂O : 0.1M

くえん酸ナトリウム : 0.2M

30 pH : 9

【0022】

(メッキ条件)

温度 : 60°C

時間 : 30秒

【0023】得られた無電解ニッケルメッキ層の厚さは0.05μmであった。また、不純物はリンのみであり、リンの含有量は7%であった。その後、核基板を以下に示す無電解銅メッキ処理を行った。

【0024】

(浴組成)

CuSO₄ · 5H₂O : 10g/l

EDTA · 2Na : 30g/l

37%HCHO : 5g/l

ジビリジル : 20mg/l

PEG#1000 : 0.5g/l

【0025】

(メッキ条件)

温度 : 65°C

攪拌 : 空気

時間 : 10分

5

【0026】得られた無電解メッキ層の厚さは0.4μmであった。さらに、無電解メッキ層上に以下にしめす条件で銅の電気メッキを行った。

【0027】

(浴組成)

CuSO₄ · 5H₂O : 120 g/l
H₂SO₄ : 150 g/l

【0028】

(電解条件)

温度 : 25°C
陰極電流密度 : 2 A/dm²
攪拌 : 空気攪拌
時間 : 90分

【0029】得られた銅層の厚みは35μmであった。ここで得られたニッケル層を有する銅-ポリイミド基板の銅層上にアクリル樹脂系のフォトレジストを10μmの厚さに均一に塗布し、70°Cで30分間焼成した。その後配線幅が200μmとなるように基板上にマスキングを施し、フォトレジスト層に300mJ/cmの紫外線を照射した後レジストの現像を行った。

【0030】その後、露出した銅面を以下に示す銅のエッチング液で溶解した。

【0031】

(浴組成)

30% H₂O₂ : 100 g/l
H₂SO₄ : 150 g/l

【0032】

(条理条件)

温度 : 25°C
時間 : 4分
攪拌 : 摺動攪拌

【0033】その後4wt%の水酸化ナトリウム水溶液を用いて60°Cで1分間レジスト層の剥離除去を行い、配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、配線間にはニッケル層の残留は認められず、絶縁抵抗は1×10¹⁰Ω (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50に規定された方法による。)であり、良好な結果が得られた。また、銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を測定したところ、1100 g/cmと良好な値であった。

【0034】さらにこの基板を大気中で150°Cの雰囲気中に1000hr放置し、密着強度を測定した。その結果900 g/cmと密着強度はほとんど低下していなかった。

【0035】この結果は本発明の方法で得た銅ポリイミド基板の、厚み0.05μm、不純物含有量7%のニッケル合金層は従来の銅のエッチング条件で完全に溶解し、かつ金属層とポリイミド樹脂フィルム層との密着強度は高温放置後でもほとんど低下せず、本発明の方法で得た銅ポリイミド基板を用いて得た配線板は高い信頼性

6

を有していることを示している。

【0036】(実施例2) 30cm角の東レ・デュポン社製のKapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムの試料基板を10mol/lの抱水ヒドラジンと2mol/lの水酸化カリウムを含有する25°Cの水溶液中に60秒間浸漬して表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、以下に示すコバルトの無電解メッキ処理を行った。

【0037】

(浴組成)

CuSO₄ · 7H₂O : 0.05M
NaH₂PO₄ · H₂O : 0.2M
ぐえん酸ナトリウム : 0.2M
pH : 10

【0038】

(メッキ条件)

温度 : 60°C
時間 : 2分

【0039】得られた無電解コバルトメッキ層の厚さは20.05μmであった。また、不純物はリンのみであり、その含有量は3%であった。

【0040】以後は実施例1と同様に銅ポリイミド基板を作製し、配線を形成した。その後、配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、配線間にはコバルト層の残留は認められず、絶縁抵抗は1×10¹⁰Ω (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50に規定された方法による。)であり、良好な結果が得られた。また、銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を測定したところ、1000g/cmと良好な値であった。

【0041】さらに、この基板を大気中で150°Cの雰囲気中に1000hr放置し、密着強度を測定した。その結果800 g/cmと密着強度はほとんど低下していなかった。

【0042】この結果は本発明の方法で得た銅ポリイミド基板の、厚み0.05μm、不純物含有量3%のコバルト合金層は従来の銅のエッチング条件で完全に溶解し、かつ金属層とポリイミド樹脂フィルム層との密着強度は高温放置後でもほとんど低下せず、本発明の方法で得た銅ポリイミド基板を用いて得た配線板は高い信頼性を有していることを示している。

【0043】(実施例3) ポリイミド樹脂の両面にニッケルの無電解メッキを施した以外は実施例1と同様に銅ポリイミド基板を作製し、配線を形成した。その後、配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、両面共に配線間にはニッケル層の残留は認められず、絶縁抵抗はそれぞれ1×10¹⁰Ωと2×10¹⁰Ω (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50に規定された方法による。)であり、良好な結果が得られた。また、銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を測定したところ、それぞれ1050 g/cmと950 g/cmとなり実用上問題のない

値であった。

【0044】さらに、この基板を大気中で150℃の雰囲気中に1000hr放置し、密着強度を測定した。その結果密着強度はそれぞれ850g/cmと750g/cmと密着強度はほとんど低下せず良好な結果であった。

【0045】この結果は本発明の方法で得た銅ポリイミド基板のニッケル合金層は従来の銅のエッチング条件で完全に溶解し、かつ金属層とポリイミド樹脂フィルム層との密着強度は高温放置後でもほとんど低下せず、本発明の方法で得た銅ポリイミド基板を用いて得た配線板は高い信頼性を有していることを示している。

【0046】(実施例4)ニッケルの無電解メッキ後、直接銅の電気メッキを行った以外は実施例1と同様な処理を行い銅ポリイミド基板を作製し、配線を形成した。その後配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、配線間にはニッケル層の残留は認められず、絶縁抵抗はそれぞれ $1 \times 10^{10} \Omega$ (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50 に規定された方法による。) であり、良好な結果が得られた。また、銅とポリイミド樹脂フィルムとの密着強度を測定したところ、1100g/cmと良好な値であった。

【0047】さらに、この基板を大気中で150℃の雰囲気中に1000hr放置し、密着強度を測定した。その結果密着強度は800g/cmと密着強度はほとんど低下せず実施例1と同じ結果であった。

【0048】この結果は本発明の方法で得た銅ポリイミド基板のニッケル合金層は従来の銅のエッチング条件で完全に溶解し、かつ金属層とポリイミド樹脂フィルム層との密着強度は高温放置後でもほとんど低下せず、本発明の方法で得た銅ポリイミド基板を用いて得た配線板は高い信頼性を有していることを示している。

【0049】(比較例1)30cm角の東レ・デュポン社製Kapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムを0.5mol/1の抱水ヒドラジンと0.3mol/1の水酸化ナトリウムを含有する25℃の水溶液中に2分間浸漬して表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、実施例1と同じニッケルの無電解メッキ処理を行った。その結果、ニッケルの析出が不均一となり、以後の工程を行うことができなかつた。

【0050】この結果は、抱水ヒドラジン及びアルカリ水酸化物濃度が本発明の濃度範囲以下の場合、無電解メッキ層の形成が不十分となることを示している。

【0051】(比較例2)30cm角の東レ・デュポン社製Kapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムを5mol/1の抱水ヒドラジンと3mol/1の水酸化ナトリウムを含有する25℃の水溶液中に60秒間浸漬して表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、以下に示すニッケルの無電解

メッキ処理を行なった。

【0052】

(浴組成)

NiCl ₂ · 6H ₂ O	: 0.1M
Na ₂ PO ₄ · H ₂ O	: 0.1M
ぐえん酸ナトリウム	: 0.1M
pH	: 5.6

【0053】

(メッキ条件)

10 温度	: 60℃
時間	: 1分

【0054】得られた無電解ニッケルメッキ層の厚さは0.05μmであった。また、不純物はリンであり、その含有量は1.2%であった。

【0055】以後の試験は実施例1と同様の処理を施し、配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、配線間にはニッケル層の残留は認められ、絶縁抵抗は $1 \times 104 \Omega$ (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50 に規定された方法による。) であり、大幅な抵抗の低下がみられた。

【0056】この結果は本発明の方法で得た銅ポリイミド基板の、厚み0.05μm、不純物含有量1.2%のニッケル合金層は従来の銅のエッチング条件で完全に溶解せず、絶縁抵抗が低下し信頼性が低下することを示している。

【0057】(比較例3)30cm角の東レ・デュポン社製Kapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムを5mol/1の抱水ヒドラジンと3mol/1の水酸化ナトリウムを含有する25℃の水溶液中に30秒間浸漬して表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、以下に示すニッケルの無電解メッキ処理を行なった。

【0058】

(浴組成)

NiCl ₂ · 6H ₂ O	: 0.1M
Na ₂ PO ₄ · H ₂ O	: 0.1M
ビロりん酸ナトリウム	: 0.2M
pH	: 10
温度	: 60℃
時間	: 5分

【0059】得られた無電解ニッケルメッキ層の厚さは0.15μmであった。また、不純物であるリンの含有量は3.4%であった。

【0060】以後の試験は実施例1と同様の処理を施し、配線間の観察及び絶縁抵抗を測定した。その結果、配線間にはニッケル層の残留は認められ、絶縁抵抗は $5 \times 106 \Omega$ (IPC-TM-650 2.6.3.2 C-24/23/50 に規定された方法による。) であり、大幅な抵抗の低下がみられた。

【0061】この結果はポリイミド樹脂フィルムの表面

に形成した無電解ニッケル層厚が $0.1\mu\text{m}$ よりも大きい場合には、不純物含有量が10%以下の場合でも、従来の銅のエッチング条件ではニッケル層が残留し、絶縁抵抗が低下し信頼性が低下することを示している。

【0062】(比較例4) 30cm角の東レ・デュポン社製Kapton 200H型のポリイミド樹脂フィルムを5mol/1の抱水ヒドラジンと3mol/1の水酸化ナトリウムを含有する25°Cの水溶液中に30秒間浸漬して表面を親水性にした後、片側をマスクし通常の触媒活性化処理を施し、以下に示すニッケルの無電解メッキ処理を行なった。

【0063】

(浴組成)

NiCl ₂ · 6H ₂ O	: 0.1M
NaH ₂ PO ₂ · H ₂ O	: 0.1M
ピロりん酸ナトリウム	: 0.2M
pH	: 10
温度	: 60°C
時間	: 10秒

【0064】得られた無電解ニッケルメッキ層の厚さは0.005μmであった。また、不純物であるリンの含有量は3.4%であった。

【0065】以後の試験は実施例1と同様の処理を施